

KOMPOSISI FASA DAN STRUKTUR KRISTAL DARI SERBUK LIMBAH KULIT DURIAN (*DURIO ZIBETHINUS*) MENGGUNAKAN METODE RIETVELD

Khairiah^{1,*} dan Lia Afriyanti Nasution¹

¹*Pendidikan Fisika FKIP Universitas Muslim Nusantara Alwashliyah Medan*

**Email: khairiahlubis10@gmail.com*

Abstrak. Berdasarkan hasil penelitian sebelumnya tentang analisis kelistrikan pasta elektrolit dari limbah kulit durian sebagai biobaterai yang menghasilkan tegangan listrik sekitar 1,5 Volt. Untuk itu peneliti ingin mengembangkan material limbah kulit durian ke arah komersil yaitu dengan meningkatkan besar tegangan listrik melalui teknologi maju yang sedang berkembang yakni teknologi nano. Diketahui bahwa ketika ukuran partikel menuju orde nanometer, maka fenomena ini berimbas pada beberapa sifat material salah satunya adalah dengan meningkatnya besar konduktivitas listrik. Nanomaterial yang berasal dari limbah kulit durian sebagai biobaterai tersebut disintesis dengan metode kopresipitasi yang merupakan salah satu metode dari perkembangan teknologi nano. Berdasarkan analisis data karakterisasi SEM dan XRD serbuk limbah kulit durian maka disimpulkan bahwa hasil dari proses sintesis menggunakan metode kopresipitasi mendapatkan serbuk yang berukuran kristal sekitar 5 nm. Komposisi fasa yang terkandung pada serbuk nano limbah kulit durian adalah didominasi oleh unsur fosfat (PO_4) yakni aluminium fosfat, aluminium silikat hidrat, dan titanium nitrat namun pemerataan partikel masih cenderung terjadi aglomerasi atau penggumpalan yang disebabkan oleh oksigen. Dapat disimpulkan juga bahwa semakin tinggi dan lama pemanasan maka morfologi partikel limbah kulit durian semakin merata dan meminimalisir terjadinya aglomerasi.

Kata-kata kunci: Komposisi fasa, metode kopresipitasi, serbuk nano limbah kulit durian, dan sifat kelistrikan.

PHASE COMPOSITION AND CRYSTAL STRUCTURE OF DURIAN (*DURIO ZIBETHINUS*) HUSK WASTE POWDER USING RIETVELD METHOD

Abstract. Based on previous research on electrical analysis of electrolyt pastes from durian husk waste as biobatteries that generate an electric voltage about 1.5 volts. Researchers want to develop durian husk waste material to commercial that was increasing the electrical voltage with nanotechnology. It was known that when the particle size went to the nanometer scale, this phenomenon affects some material properties, one of which was the increase in electrical conductivity. The nanomaterial derived from durian husk waste as a biobattery was synthesized by coprecipitation

method which was one of development methods of nanotechnology. Based on the analysis of SEM and XRD characterization data of durian husk waste powder, it was concluded that the results of the synthesis process using the coprecipitation method obtained powder which has crystal size about 5 nm. Phase composition contained in durian skin waste nano powder is dominated by phosphate (PO_4) elements, namely aluminum phosphate, aluminum silicate hydrate, and titanium nitrate, but evenness of particles still tends to occur agglomeration or clumping caused by oxygen. It can be concluded also that the higher and longer heating treatment the morphology of the durian husk waste particles more evenly and minimize the occurrence of agglomeration.

Keywords: *coprecipitation method, electrical properties, nanopowder of durian husk waste, and phase composition*

1. PENDAHULUAN

Berdasarkan hasil penelitian sebelumnya melalui hibah internal tentang analisis kelistrikan pasta elektrolit dari limbah kulit durian yang menghasilkan tegangan listrik sebesar 1,5 Volt (Khairiah, 2016), peneliti ingin mengembangkan material limbah kulit durian ke arah komersil yaitu dengan meningkatkan besar tegangan listrik melalui teknologi maju yang sedang berkembang yakni teknologi nano. Diketahui bahwa ketika ukuran partikel menuju orde nanometer, maka hukum fisika yang berlaku lebih didominasi oleh hukum-hukum fisika kuantum. Sifat-sifat yang berubah pada nanopartikel biasanya berkaitan dengan fenomena kuantum sebagai akibat keterbatasan ruang gerak elektron dan pembawa muatan lainnya dalam partikel. Fenomena ini berimbas pada beberapa sifat material seperti perubahan warna yang dipancarkan, transparansi, kekuatan mekanik, konduktivitas listrik, dan magnetisasi. Nanomaterial yang berasal dari limbah kulit durian tersebut dijadikan sebagai biobaterai ramah lingkungan yang akan disintesis dengan metode kopresipitasi yang merupakan salah satu metode dari perkembangan teknologi nano.

Metode kopresipitasi merupakan salah satu metode basah (*wet method*) sintesis nanomaterial senyawa organik yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara bersama-sama ketika melewati titik jenuh. Kopresipitasi merupakan metode yang menjanjikan karena prosesnya menggunakan suhu rendah dan mudah untuk mengontrol ukuran partikel sehingga waktu yang dibutuhkan relatif lebih singkat. Beberapa zat yang paling umum digunakan sebagai zat pengendap dalam kopresipitasi adalah hidroksida, karbonat, sulfat, dan oksalat. Pada kopresipitasi material-material dasar diendapkan bersama secara stoikiometri dengan reaktan tertentu. Suatu partikel bulat haruslah berdiameter lebih besar dari 10^{-6} m agar mengendap dalam larutan sebagai endapan.

Metode yang dilakukan adalah dengan tahap pelarutan dengan aquades, pengeringan, dan pencucian. Kopresipitasi termasuk rekristalisasi di mana ada tujuh metode dalam rekristalisasi yaitu: memilih pelarut, melarutkan zat terlarut, menghilangkan warna larutan, memindahkan zat padat, mengkristalkan larutan, mengumpulkan dan mencuci kristal, dan mengeringkan produk/hasilnya (Abdullah, M. 2008). Ada beberapa hal yang dapat dilakukan analisis untuk meminimalkan kopresipitasi bersama endapan kristal. Ion pengotor akan hadir dalam konsentrasi yang lebih rendah selama pengendapan.

Hasil dari sintesis akan dikarakterisasi dengan XRD untuk melihat ukuran partikel dan SEM untuk melihat morfologi partikel serta uji konduktivitas listrik dari nanomaterial tersebut.

Metode tradisional untuk melakukan analisis kualitatif dan kuantitatif pada teknik Difraksi Sinar-X biasanya melibatkan pengukuran intensitas dari puncak yang terpilih dan membandingkannya dengan data standar seperti *International Committee Diffraction Data* (ICDD). Bagaimanapun, metoda ini sangat membosankan, di samping memerlukan data standar yang sangat bervariasi pada saat muncul keganjilan intensitas yang disebabkan oleh penyimpangan sudut. Sehingga terkadang hasil analisisnya sulit untuk dipertanggungjawabkan. Disamping itu pula metode ini tak dapat lagi memberikan hasil yang akurat jika terdapat banyak puncak-puncak yang saling tumpang tindih (*overlap*) sehingga akan menyebabkan hilangnya rincian informasi yang terkandung di dalam profil puncak difraksi tersebut. Dengan demikian diperkenalkan metode baru untuk menganalisis profil multifasa dari pola difraksi serbuk.

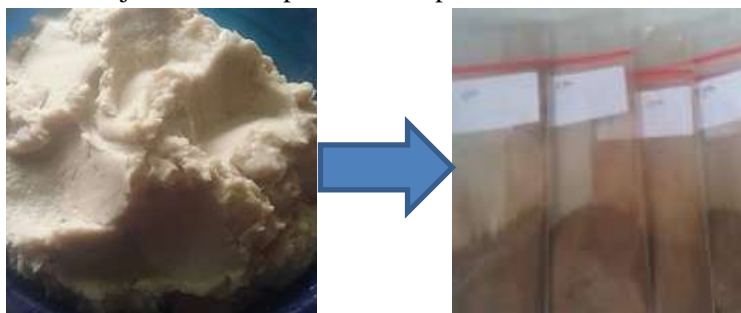
Setiap titik pada pola difraksi dipandang sebagai satu pengamatan tunggal yang kemungkinan mengandung kontribusi dari sejumlah refleksi *Bragg* yang berbeda. Pada setiap posisi sudut atau setiap titik pada profil pola difraksi, jumlah kontribusi intensitas akibat *overlap* dapat dihitung berdasarkan nilai parameter-parameter yang didapat dengan asas perhitungan *Siroquant*. *Siroquant* adalah suatu program analisis multi fasa jenis Rietveld yang dapat mereplika pola difraksi hasil pengukuran/observasi dengan memanfaatkan *least-square*.

2. METODOLOGI PENELITIAN

Sintesis nanomaterial limbah kulit durian adalah dengan metode kopresipitasi. Adapun prosedur penelitian ini terdiri atas tahap persiapan, tahap sintesis, dan tahap karakterisasi SEM dan XRD. Untuk tahap persiapan adalah dengan menyiapkan alat dan bahan yang akan digunakan, memisahkan dan memotong kulit durian yang kasar, menimbang massa kulit durian yang halus, dan menggiling kulit durian halus dengan blender. Kemudian untuk tahap Sintesis adalah di mana kulit durian halus 10 gram dicampur dengan aquades 50 ml, kemudian menambahkan etanol 50 ml, larutan tersebut distirer dan disintesis dengan menggunakan magnetik stirer dan dipanaskan dengan suhu 80 °C selama 2, 4, 6, dan 8 jam, setelah itu mendinginkan larutan pada suhu ruangan selama beberapa saat, kemudian mengeringkannya di dalam oven selama 24 jam sampai menjadi serbuk. Selanjutnya yang terakhir adalah tahap karakterisasi SEM dan XRD dan analisis data dengan metode Rietveld.

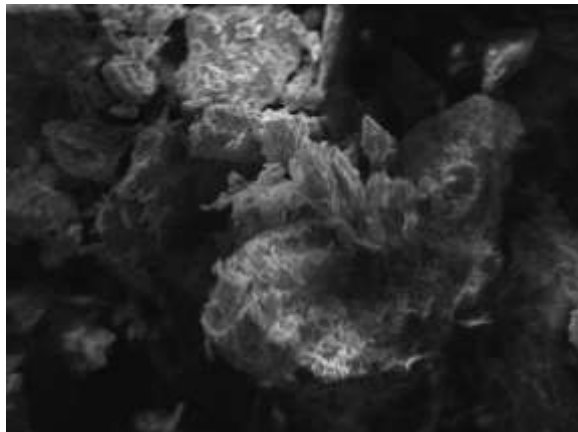
3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Tahap sintesis adalah menghasilkan pasta dan serbuk nano limbah kulit durian tersebut melalui teknik yang tepat dan menggunakan salah satu metode yakni metode kopresipitasi. Setelah dilakukannya pembuatan pasta dan serbuk nano maka sampel akhir dikarakterisasi dengan menggunakan XRD dan SEM. Pasta elektrolit yang dihasilkan dari proses penghalusan secara fisis kemudian menjadi serbuk seperti terlihat pada Gambar 1.



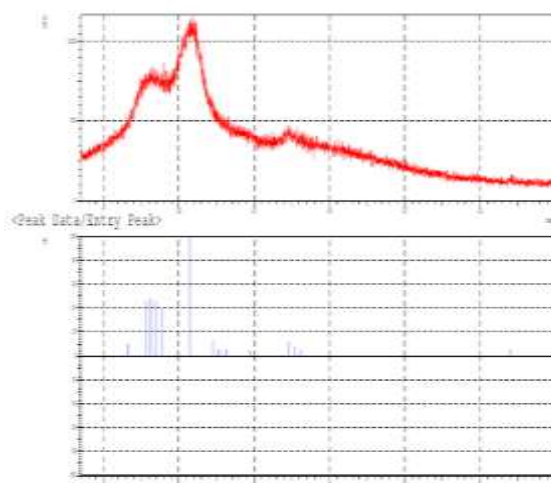
Gambar 1. Limbah kulit durian

Untuk melihat besar ukuran kristal dan morfologi masing masing sampel maka sampel tersebut dikarakterisasi menggunakan XRD (*X-Ray Diffractometer*) dan SEM (*Scanning Electron Microscope*). Adapun hasil dari karakterisasi SEM untuk keempat sampel dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Hasil SEM

Berdasarkan Gambar 2 di atas terlihat bahwa serbuk limbah kulit durian memiliki morfologi yang merata. Morfologi partikel yang terbentuk masih berukuran mikro yakni rata-rata masing masing sampel adalah 20 mikrometer. Hal ini disebabkan karena limbah kulit durian memiliki tingkat kelembaban yang tinggi terhadap lingkungan luar sehingga terjadi aglomerasi atau penggumpalan pada morfologi permukaan sampelnya.



Gambar 3. Identifikasi fasa limbah kulit durian

Pada grafik XRD yang diperoleh dengan penghalusan metode Rietveld terlihat pada Gambar 3, terlihat struktur dari serbuk limbah kulit durian bersifat kristalin bukan amorf. Komposisi fasa yang terkandung terlihat dari tiga puncak dari sampel serbuk limbah kulit durian adalah AlPO_4 (aluminium fosfat) (222) sebanyak 75,5% dan sisanya adalah aluminium silikat hidrat (106) dan titanium nitrit (103).

Karakteristik menggunakan XRD dilakukan untuk mengetahui ukuran kristalin maka dengan menggunakan persamaan scherrer maka didapat ukuran kristalin seperti terlihat pada Tabel 1. Terlihat bahwa ukuran kristalin dari serbuk limbah kulit durian berukuran nanometer

yakni 4,18 – 5,02 nm untuk puncak-puncak yang memiliki ukuran FWHM (*full width half maximum*) tertinggi.

Tabel 1. Perhitungan ukuran kristalin dari limbah kulit durian

Center 2 θ	θ	Cos θ	FWMH	Ukuran kristal
15,6200	7,81	0,96306	2,93340	4,90 nm
16,2600	8,13	0,96000	3,20000	4,51 nm
21,4000	10,7	0,93105	3,56000	4,18 nm
24,6000	12,3	0,90923	3,04000	5,02 nm

4. KESIMPULAN

Berdasarkan analisis data karakterisasi SEM dan XRD serbuk limbah kulit durian maka disimpulkan bahwa hasil dari proses sintesis menggunakan metode kopresipitasi mendapatkan serbuk yang berukuran kristal nanometer yakni sekitar lebih kurang 5 nm. Senyawa kimia yang terkandung pada serbuk nano limbah kulit durian adalah didominasi oleh unsur fosfat (PO_4) yakni aluminium fosfat, aluminium silikat hidrat, dan titanium nitrat. Namun pemerataan partikel masih cenderung terjadi aglomerasi atau penggumpalan yang disebabkan oleh oksigen. Dapat disimpulkan juga bahwa semakin tinggi dan lama pemanasan maka morfologi partikel limbah kulit durian semakin merata dan meminimalisir terjadinya aglomerasi.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Abdullah, M., 2008. *Review : Sintesis Nanomaterial*. Jurnal Nanosains & Nanoteknologi Vol. 1 No.2, ISSN 1979-0880
- [2] A. K.Pathrikar. 2013. *The Future Of Energy Bio Battery*. International Journal of Research in Engineering and Technology. Vol 2. ISSN: 2319-1163
- [3] A.M. Kannan, V. Renugopalakrishnan, S. Filipek3, P. Li, G. F. Audette, and L. .2011. *Bio-Batteries and Bio-Fuel Cells: Leveraging on Electronic Charge Transfer Proteins*. Journal of Nanoscience and Nanotechnology Vol.9, 1665–1678
- [4] Abdalla. A. S. Al-Ghamdi and F. Al-Marzouki. 2012. *Green Energy : Electric Batteries from Food*, Saudi Arabia, Physics Department, Faculty of Science.
- [5] Sari, Ratna Dewi. 2011. *Baterai Cerdas dari Elektrolit Polimer Chitosan dengan Penambahan Amonium Nitrat*. Skripsi. Departemen Teknologi Hasil Perairan Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan. IPB
- [6] Soegiono, B., (2010), *Bahan Kuliah Prinsip Pemakaian SEM EDX & XRD*, Mahasiswa Pasca Sarjana Program Studi Material Science FMIPA-UI,
- [7] Suyitno, M. 2011. *Pembangkit Energi Listrik*. Jakarta. Rineka Cipta.
- [8] Suyuty, A. 2011. *Studi Eksperimen Konfigurasi Komponen Sel Elektrolisis untuk Memaksimalkan H_2 larutan dan Gas Hasil Elektrolisis*. Surabaya : Institut Teknologi Surabaya
- [9] Syukri, S. 2010. *Kimia Dasar 3*. Bandung : ITB